

Cara uji penta kloro fenol (PCP) dalam air dan air buangan

PENDAHULUAN

NI cara uji penta kloro fenol (PCP) dalam air dan air buangan merupakan Standar Nasional Indonesia untuk melengkapi standar lingkungan.

Standar ini diutamakan untuk :

- perlindungan terhadap lingkungan
- menunjang Peraturan Pemerintah Republik Indonesia No. 20 tahun 1990 tentang Pengendalian Pengemasan Air.

NI cara uji penta kloro fenol (PCP) dalam air dan air buangan telah dibahas dalam prakonsensus pada tanggal 21 Nopember 1996, yang dihadiri oleh instansi dan industri terkait.

DAFTAR ISI

	hal
Pendahuluan	i
Daftar isi	ii
1. Ruang lingkup	1
2. Acuan	1
3. Cara pengambilan contoh	1
4. Cara uji	1

Cara uji penta kloro fenol (PCP) dalam air dan air buangan

1. Ruang lingkup

Standar ini meliputi acuan, cara pengambilan contoh, serta cara uji untuk penta kloro fenol (PCP) dalam air dan air buangan.

2. Acuan

2.1 SNI 06-1416-1989, cara pengambilan contoh air.

2.2 Water and Waste Management, EPA, Test Method 604 PCP.

2.3 AOAC 1995 edisi 16

3. Cara pengambilan contoh

Cara pengambilan contoh sesuai dengan SNI. 06-1416-1989, Cara pengambilan contoh air.

4. Cara uji

4.1 Prinsip

Contoh diekstrak dengan heksana lalu didekompisisi dengan alkali, kemudian pembersihan (clean up), dan selanjutnya ditetapkan dengan kromatograf gas (GC) atau kromatograf cair kinerja tinggi (HPLC). Luas puncak kromatogram contoh dibandingkan dengan luas puncak standar.

4.2 Pereaksi

- Metilen Klorida (Diklorometan).
- Larutan NaOH 10 N :
Larutkan 40 g NaOH dengan air, tepatkan hingga 100 ml.
- Larutan NaOH 1 N :
Larutkan 4 g NaOH dengan air, tepatkan hingga 100 ml.
- Na_2SO_4 anhidrat.
Keringkan pada suhu 130°C selama 4 jam dalam oven.
- Silikagel atau fluorisil
Keringkan pada suhu 130°C selama 18 jam.
- Larutkan PCP (baku : $1\ \mu\text{g}/\mu\text{l}$)
Timbang teliti 0,010 g PCP murni. Larutkan dengan 2 ml propanol, tepatkan hingga 10 ml dalam labu ukur.
Simpan pada suhu 4°C .
Larutan H_2SO_4 (1 : 1)
- Larutan PCP standar
Buat larutan kalibrasi PCP standar dengan konsentrasi yang berbeda, minimum tiga.
- Aseton, Metanol, propanol (chromatography grade).

4.3 Peralatan

- Kromatograf Gas (GC) atau dengan kelengkapannya (detektor ECD atau FID).
- Kolom kromatograf 10 mm x 300 mm, untuk pembersihan (clean up).
- Rotary evaporator atau Kuderna disk thickner.
- Corong pemisah.

4.3.1 Kondisi operasi kromatograf gas (GC)..

A. Detektor : Electron capture detector (ECD) .

Kolom :

Supel Coport 80/100 mesh, 1 % SP 1240 DA, panjang 1,8 m, diameter dalam 2 mm.

Suhu kolom : 150° C

Suhu injektor : 80°-150°C

Suhu detector : 220° C

Gas pembawa : Nitrogen HP

Laju aliran : 30 ml/menit

B. Detektor : Electron Capture Detector (ECD) .

Kolom :

Chromosorb WAW DMCS (80/100 mesh), 5% OV 17.

Panjang 1,8 m, diameter dalam 2 mm.

Suhu kolom : 200° C

Suhu injektor : 180° C

Suhu detector : 220° C

Gas pembawa : Argon HP

Laju aliran : 30 ml/menit

Kecepatan kertas : 10 mm/menit

Volume injeksi : 2 - 5 µl

4.3.2 Kondisi operasi kromatograf cair kinerja tinggi (HPLC) .

A. Kolom :

Li Chrospher 100 RP-18 (5 µm), 250 x 4 mm

Fasa gerak :

asetonitril : air = 70 : 30 atau

larutan metanol : pereaksi ion pair PIC A = 40:60

Detector : UV, 254 nm

Volume injeksi : 2-5 µl

Laju aliran : 1-2 ml/menit.

B. Kolom : --

Resolve C18 5 μ m Radial Pack Cartridge atau Seppak Cartridge, 8 x 100 mm

Fasa gerak :

metanol : ethanol : asam fosfat = 40 : 15 : 15

Detector : UV, 254 nm

Laju aliran : 1-7 ml/menit.

C. Kolom :

Resolve C18, 5 μ m Radial Pack Cartridge 8 x 100 mm

Fasa gerak :

metanol : ethanol : asam fosfat 0.01% = 40 : 15 : 15 dengan tambahan PICA

Laju aliran : 1-7 ml/menit.

Detector : UV, 254 nm

4.4 Cara kerja

4.4.1 Ekstraksi

- Ambil 1 l contoh. Atur pH larutan hingga pH 12 atau lebih dengan penambahan NaOH 10 N.
- Tambahkan metilin klorida 60 ml, dan kocok selama 5-10 menit.
- Diamkan beberapa saat hingga terbentuk dua lapisan.
- Pisahkan kedua lapisan tersebut, tampung filtratnya.
- Ekstraksi kembali lapisan air dua kali seperti di atas dengan masing-masing ditambahkan metilin dan klorida.
- Gabungkan seluruh filtrat.
- Atur pH larutan menjadi pH 1 - 2 dengan asam sulfat 4 N.
- Tambahkan 60 ml metilin klorida. Kocok kemudian saring melalui glass wool.
- Tampung volume hingga 5 ml.

4.4.2 Pembersihan

- Tuangkan ke dalam kolom kromatograf.
- Tampung dan uapkan dengan rotary evaporator hingga volume ± 1 ml
- Tuangkan residu dalam labu takar 5 ml. Bilas residu dengan propanol.
- Tepatkan volume hingga 5 ml.

4.4.3 Identifikasi

- Injeksikan 2 - 5 μ larutan standar ke dalam GC atau HPLC.
- Amati pada kondisi yang stabil, kromatogram yang terjadi dengan type yang sama dan standar deviasi kromatogram $< 10 \%$
- Buat kurva kalibrasi larutan standar.
- Bandingkan luas puncak kromatogram contoh terhadap standar.

4.4.4 Perhitungan

$$\text{Kadar PCP, ppm} = \frac{S_x}{S_s} \times \frac{n_{gs}}{\mu l_x} \times \frac{F_v}{W}$$

S_x = luas puncak contoh

S_s = luas puncak standar

n_{gs} = bobot standar yang diinjeksikan (ng)

F_v = volume contoh akhir (ml)

W = bobot contoh awal (g)

μl_x = volume injeksi contoh.

-- oo0oo --



BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : bsn@bsn.go.id